

ИЗГОТОВЛЕНИЕ И АТТЕСТАЦИЯ СО СОСТАВА ИРИДИЯ

Лисиенко Д.Г., Домбровская М.А., Кубрина Е.Д.

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет

имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

620002, г.Екатеринбург, ул.Мира, 19 lisienko@dpt.ustu.ru

В УрФУ по заказу ЗАО «УРАЛИНТЕХ» завершены работы по выпуску и испытаниям национального стандартного образца (СО) состава иридия (комплект СОИ-23), предназначенного для градуировки аппаратуры в атомно-эмиссионном анализе всех марок металла в компактном (по ГОСТ 13099-2006) и порошковом (по ГОСТ 12338-81) состояниях, аттестации и контроля точности методик измерений состава иридия. Область назначения комплекта расширена с учетом необходимости контроля химического состава компактного иридия марки И 99,8 по сравнению с ранее разработанным и изготовленным УГТУ-УПИ ГСО 7292-97 состава иридия (комплект СОИ-22). При изготовлении СО реализована технология, позволившая установить метрологические характеристики образцов по расчетно-экспериментальной процедуре в соответствии с МИ 1992-98. Комплект из 6-ти образцов приготовлен последовательным разбавлением образца с максимальным содержанием аналитов (СО-1) матрицей и смешением с дополнительными порциями материалов, содержащих индивидуальные группы аттестуемых элементов. Основой комплекта служил порошковый иридий, изготовленный ОАО «Красцветмет». В число аттестуемых элементов в СО-1 включены Al, Cu, Fe, Ni, Pd, Pt, Rh, Ru, в СО-2 - Ag, Au, Ba, Os, Si, Sn и Ti, в СО-3 - Co, Cr, Mg, Pb, в СО-4 - As, Bi, Cd и Zn. Объединение примесей в группы выполнено с учетом диапазонов контролируемых содержаний и позволило оптимизировать суммарную загруженность примесями материалов образцов.

Все элементы, за исключением Os, Rh, Ru и Si, введены в основу заданной крупности в виде азотнокислых или царскородочных растворов металлов или устойчивых молекулярных форм. Кремний нанесен в виде золя кремниевой кислоты, а осмий, родий и рутений - в виде седиментированных порошков. После внесения растворов материалы подвергли термической обработке в токе водорода. Композиции материалов каждого образца измельчили и усреднили.

Испытания СО комплекта включили оценивание однородности распределения аналитов, установление содержания аттестуемых элементов в основе, сличение с ГСО 7292-97 для подтверждения прослеживаемости. Для установления однородности в ходе разгрузки равномерно по высоте смесителя отбирали по 10 проб каждого образца. Аттестуемые элементы определяли в растворе выщелачивания масс-спектральным методом на спектрометре Elan 9000 из навески СО, формирующей аналитический сигнал, 10 мг. Относительные стандартные отклонения химической неоднородности распределения аттестуемых элементов в образцах комплекта на уровне представительной навески 100 мг (2 навески по 50 мг каждая) учтены при расчете погрешности СО.

Содержание аналитов в матричном материале установлено по аттестованной методике в лаборатории ИАСЦ «ГИРЕДМЕТ». Результаты ИАСЦ подтвердили и дополнили данные паспорта «Красцветмета» и результаты анализов, выполненных в лаборатории изготовителя. В ходе сличения комплектов СОИ-23 и СОИ-22 подтверждена их удовлетворительная согласованность и взаимозаменяемость при контроле аттестованных в обоих комплектах элементов. Прослеживаемость аттестованных значений СО к единицам массы реализована использованием поверенных средств измерений и аттестованной методики измерений. Массовая доля элементов рассчитана относительно суммы масс аттестуемых элементов и иридия.